

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **03109228 A**

(43) Date of publication of application: .09 . 05 . 91

(51) Int. Cl

C03B 37/014
C03B 20/00

(21) Application number: **01246332**

(22) Date of filing: **25 . 09 . 89**

(71) Applicant: **SUMITOMO ELECTRIC IND LTD**

(72) Inventor:
TSUCHIYA ICHIRO
SAITO MASAHIDE
ISHIKAWA SHINJI
OGA YUICHI
KANAMORI HIROO

**(54) HEATING FURNACE FOR PRODUCING
HIGH-PURITY QUARTZ PREFORM**

(57) Abstract:

PURPOSE: To drastically prolong the service life of a furnace core tube and to stably and excellently carry out heat treatment by combining the furnace core tube made of silicon carbide, a heating element and an inner cylinder of high-purity carbon to produce a specified effect.

CONSTITUTION: The heating furnace for producing a high-purity quartz preform is provided with the furnace core tube into which a porous quartz glass preform is inserted and made of a gas-impermeable heat-resistant member, the heating element provided in a furnace body

surrounding the furnace core tube and the inner cylinder freely detachably inserted into the furnace core tube close to the heating element and made of a heat-resistant member. The furnace core tube and inner cylinder are formed as follows. Namely, the furnace core tube is formed by the high-purity carbon coated with a gas-impermeable silicon carbide film, a silicon carbide sintered body coated with a gas-impermeable silicon carbide film or gas-impermeable silicon carbide, and the inner cylinder is formed by high-purity carbon, the high-purity carbon coated with a gas-impermeable silicon carbide film or the high-purity carbon coated with a gas-impermeable carbon film.

COPYRIGHT: (C)1991,JPO&Japio

⑫ 公開特許公報(A)

平3-109228

⑬ Int. Cl.³C 03 B 37/014
20/00

識別記号

Z

庁内整理番号

8821-4G
8821-4G

⑭ 公開 平成3年(1991)5月9日

審査請求 有 請求項の数 1 (全6頁)

⑮ 発明の名称 高純度石英母材製造用加熱炉

⑯ 特 願 平1-246332

⑰ 出 願 平1(1989)9月25日

⑱ 発 明 者 土 屋 一 郎 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社
横浜製作所内

⑲ 発 明 者 齊 藤 真 秀 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社
横浜製作所内

⑲ 発 明 者 石 川 真 二 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社
横浜製作所内

⑲ 発 明 者 大 賀 裕 一 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社
横浜製作所内

⑳ 出 願 人 住友電気工業株式会社 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

㉑ 代 理 人 弁理士 光石 英俊 外1名

最終頁に続く

明 細 書

1. 発明の詳細な説明

<産業上の利用分野>

本発明は、多孔質石英ガラス母材を加熱処理(脱水、ドーパント添加、焼結等)して、光ファイバ製造等に用いる透明な高純度石英母材とするための加熱炉に関する。

<従来の技術>

VAD法またはOVD法を用いて光ファイバ用プリフォームを製造するためには、VAD法またはOVD法で得られたガラス微粒子積層体を脱水し、調密・透明化する必要がある。さらにはこの脱水、調密・透明化工程の進行中において、屈折率調整用のドーパントであるフッ素も同時に添加されることがある。これらの脱水、調密・透明化、フッ素添加工程では、炉心管を有する加熱炉が使われる。

このような加熱炉の一例を第2図に示したように、略円筒状の炉心管11の略中央外周部には、該炉心管11を取り巻くように中空リング状の炉体12が設けられている。炉体

1. 発明の名称

高純度石英母材製造用加熱炉

2. 特許請求の範囲

多孔質石英ガラス母材が挿入され且つ気体不透過性の耐熱部材で形成された炉心管と、該炉心管を囲繞する炉体内に設けられた発熱体と、該発熱体近傍の前記炉心管内側に着脱自在に嵌挿され且つ耐熱部材で形成された内筒とを備えた高純度石英母材製造用加熱炉において、前記炉心管が、気体不透過性の炭化ケイ素膜を被覆した高純度カーボン、または気体不透過性の炭化ケイ素膜を被覆した炭化ケイ素焼結体、または気体不透過性の炭化ケイ素で形成されていると共に、前記内筒が、高純度カーボン、または気体不透過性の炭化ケイ素膜を被覆した高純度カーボン、または気体不透過性のカーボン膜を被覆した高純度カーボンで形成されていることを特徴とする高純度石英母材製造用加熱炉。

12内には、炉心管11の略中央部を圍繞する状態で発熱体13が配設されており、支持棒14を介して図示しない駆動源により炉心管11内に挿入される多孔質石英ガラス母材15は、該発熱体13の発熱によって加熱処理される。また該加熱処理に際して用いられる雰囲気ガス(SiCl_4 、 SiF_4 、 H_2 等)は、炉心管11に設けられた導入管16により炉心管11内に導入される。さらには発熱体13及び炉心管11の劣化を防ぐために、炉体12内にも該炉体12に設けられた導入管17を経て不活性ガスが導入されるようになっている。

そして、前述したような炉心管11の材料として、炭化ケイ素(以下SiCと記す)を被覆した高純度カーボン等を用いる技術が知られている。

そのうちの一つとして、特開昭61-201634号公報に開示されたものは、SiCを被覆したカーボン製炉心管を用い、さらにこのSiC被覆

る。つまり、まずSiC被覆層の酸化条件は極めて微妙であり、従って炉心管11の表面に均一に該SiC被覆層を形成することが難しく、一部に非酸化部分を残したり酸化したSiC被覆層内の内部応力により該被覆層が剝離するなどの問題が生じていた。

また前記のSiC被覆層の酸化は、多孔質石英ガラス母材15の脱水またはフッ素添加の際、酸素を含む雰囲気で行うか、或いは該炉心管11を酸素雰囲気中空焼きするなどして行われるが、もし最初からSiC被覆層が一部でも剝離していると、該酸化工程によって該炉心管11の基材カーボンが著しく酸化されてその寿命が極めて短くなるという問題があった。

このように、SiC被覆層の酸化には大きな困難が伴うのであるが、とはいえもし該酸化を行わぬとすると、該SiC被覆層はフッ素系ガスによって急速に劣化してしまうのである。該劣化現象は SiF_4 ガスを用いた場合1200

層の表面を酸化させた状態で使用することを特徴とするものである。

このような炉心管11では、その基材としてカーボンを使用しているため、高温状態を維持しても劣化することがなく、昇降温の速さに注意すれば何回でも昇降温することが可能である。またカーボン表面をSiCで被覆しているため、カーボンの酸化が起り難く、従って該カーボン中に含まれる不純物のガラス母材15中への浸入が防がれる。さらには、SiCの被覆層の表面を酸化したことにより、 Cl_2 、 SiF_4 等にも侵されることもないようになっている。

<発明が解決しようとする課題>

既述した従来の炉心管11は、その基材をカーボンで形成し且つ該カーボンの表面をSiCで被覆すると共に、該SiC被覆層を酸化したものである。

しかしながらこのような炉心管11を作成するには種々の困難を伴うことが知られてい

で以上で現われ始め、1400℃以上では極めて急速に進行する。この結果SiC被覆層下のカーボン基材が炉心管11内の微量酸素等によって酸化され、該炉心管11の寿命が極めて短いものとなってしまふ。

<課題を解決するための手段>

本発明による高純度石英母材製造用加熱炉は、多孔質石英ガラス母材が挿入され且つ気体不透過性の耐熱部材で形成された炉心管と、該炉心管を圍繞する炉体内に設けられた発熱体と、該発熱体近傍の前記炉心管内側に着脱自在に嵌挿され且つ耐熱部材で形成された内筒とを備えた高純度石英母材製造用加熱炉において、前記炉心管が、気体不透過性の炭化ケイ素膜を被覆した高純度カーボン、または気体不透過性の炭化ケイ素膜を被覆した炭化ケイ素焼結体、または気体不透過性の炭化ケイ素で形成されると共に、前記内筒が、高純度カーボン、または気体不透過性の炭化ケイ素膜を被覆した高純度カーボン、または気体不透過性

のカーボン膜を被覆した高純度カーボンで形成されていることを特徴とするものである。

<作 用>

炉心管内に挿入された多孔質石英ガラス母材が、炉体内の発熱体の発熱により加熱処理されるが、該処理中に炉心管内に存在する微量の酸素や水分は、まず発熱体近傍の炉心管内側に吸着された内筒と反応することにより、これら酸素や水分が直接に炉心管を侵してこれを劣化させるということがない。

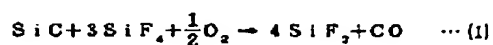
<実 施 例>

以下、本発明による高純度石英母材製造用加熱炉の一実施例を図を参照して詳細に説明する。なお従来の技術と同一の部材には同一の符号を付して表すこととし詳細な説明は省略する。

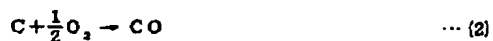
この一実施例を第1図に表したように、発熱体13近傍の炉心管11の内側には内筒18が着脱自在に嵌挿されている。該実施例において炉心管11は、気体不透過性のSiC膜を

心管11内雰囲気中に放出される。

ここで、従来の内筒18のない炉心管11のSiC被覆層においては、以下の(1)式のような反応が進んで該SiC被覆層を劣化させていた。即ち、



しかるに本発明によれば、炉心管11の内側に内筒18を設けたことにより、前記反応の進行を担う微量の酸素は、まず該内筒18を形成する高純度カーボンと以下の(2)式のような反応をして取り除かれ、炉心管11にまでは至らぬため該炉心管11の劣化が防止されるのである。



さらに、該内筒18の高純度カーボンに気体不透過性のカーボンまたはSiC膜を被覆すれば、使用初期において、前記雰囲気ガスは該内筒18そのものを透過できず、従って炉心管11のSiC被覆層に対する該内筒18の

被覆した高純度カーボンで形成されているが、他に気体不透過性のSiC膜を被覆したSiC焼結体、または気体不透過性のSiCであってもよい。これらの場合において、被覆されるSiC膜は炉心管11の内周面、外周面のうち少なくとも内周面に形成されておればよく、従ってもちろん、内外周面の相方に形成されてもよい。

また内筒18は、本実施例においては高純度カーボンで形成されているが、該内筒18の内周面または外周面の少なくとも一方を、気体不透過性のカーボンまたはSiC膜で被覆してもよい。

従って、炉心管11内に挿入された多孔質ガラス母材15は、導入管16を経て炉心管11内に導入された雰囲気ガス(SiC_g, SiF₄, H₂等)中において、発熱体13の発熱により、脱水、フッ素添加、焼結等の加熱処理が行われる。この間、多孔質石英ガラス母材15中に吸着されていた微量の酸素や水分等が炉

保護作用が一層向上することになる。

また前記(1)式のような、炉心管11のSiC被覆層を劣化させる反応が顕著となるのは、およそ1200℃を超える温度領域において生ずるので、内筒18は発熱体13近傍の炉心管11内側、しかも発熱体13の加熱により前述した1200℃以上に昇温し得る炉心管部分の内側を覆うように設けられるのである。

既述した内筒18は、多孔質石英ガラス母材15の加熱処理を行う度に、反応式(2)のような反応を行いしだいに消耗してゆくが、この間炉心管11及び該炉心管11のSiC被覆層は該内筒18の作用によって確実に劣化を免れるのである。また内筒18は、消耗の程度に応じて随時交換される必要を生ずるが、炉心管11に比して小さく且つ加工も容易であるから、炉心管11そのものの交換に比して大きなコスト低減効果を実現できる。

以下に、第2図に示したような従来の加熱

炉と、第1図に示した本実施例中の加熱炉との夫々を用いて、既述した多孔質石英ガラス母材15の加熱処理を行い、該ガラス母材15より純シリカコアリングモード光ファイバを作る実験を行った実験結果を示す。

該実験に用いられた加熱炉の炉心管11は、SiC被覆層を形成した高純度カーボンで作られたものであり、また内筒18は高純度カーボン製である。このような加熱炉において、夫々の加熱処理を以下の温度条件及び雰囲気ガス中にて行ったものである。つまり

処理区分	温 度	雰囲気ガス
脱 水 処 理	950℃～1100℃	SiC ₄ , He
フッ素添加処理	1250℃～1400℃	SiF ₄ , He
焼 結 処 理	1550℃～1650℃	He

以上のような条件の下で、第2図に示した従来の加熱炉により加熱処理を行った結果、炉心管11内筒のSiC被覆層は、およそ1200℃以上となる高温部分で黒く変色し

ており、該領域の7割以上のSiC被覆層は完全に消失し、炉心管11の基材である高純度カーボンが露出してその一部の酸化が始まっていた。こうした炉心管11の著しい劣化状況から判断して、該炉心管11の処理し得る多孔質石英ガラス母材15の本数はせいぜい約250本程度と推定された。

これに対し本実施例の加熱炉では、内筒18の内周面に若干の酸化消耗が見られたものの、炉心管11のSiC被覆層にはなんらの変化も見られなかった。さらに、こうして得た石英ガラス母材から製造された純シリカコアリングモード光ファイバの平均損失は、波長1.55μmにおいて0.173dB/kmであり極めて良好なものであった。

ところで本実施例の如く、内筒18を高純度カーボンで形成した場合、多孔質石英ガラス母材15の内筒18内への挿入時に大気が入り、この結果内筒18の酸化消耗が進み得る。従ってこれを防止するために、ガラ

ス母材15の挿入を400℃以下で行うようにしたり、或いはまた、炉心管11の上部を区切って前室を設ける等の構成としてもよい。

<発明の効果>

本発明の高純度石英母材製造用加熱炉によれば、耐熱部材で形成された内筒を発熱体近傍の炉心管内側に着脱自在に嵌挿したことにより、炉心管内に挿入された多孔質石英ガラス母材が、炉体内の発熱体の発熱で加熱処理されるに際して、該処理中に炉心管内に存在する微量の酸素や水分は、まず前記内筒と反応することにより、これら酸素や水分が直接に炉心管を侵してこれを劣化させるということがないので、該炉心管の使用可能期間が大幅に伸びると共に、安定的且つ良好な加熱処理を行うことができる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明による高純度石英母材製造用加熱炉の一実施例を表す概略構成断面図、第2図は従来の一例を表す概略構成断面図である。

図中、11は炉心管、12は炉体、13は発熱体、14は支持棒、15は多孔質石英ガラス母材、16、17は導入管、18は内筒である。

特 許 出 願 人

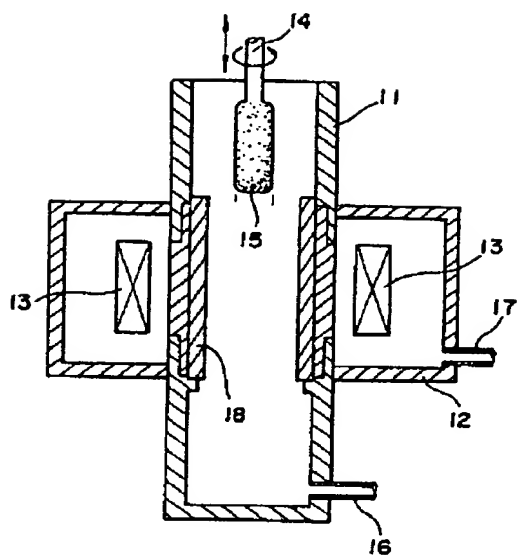
住友電気工業株式会社

代 理 人

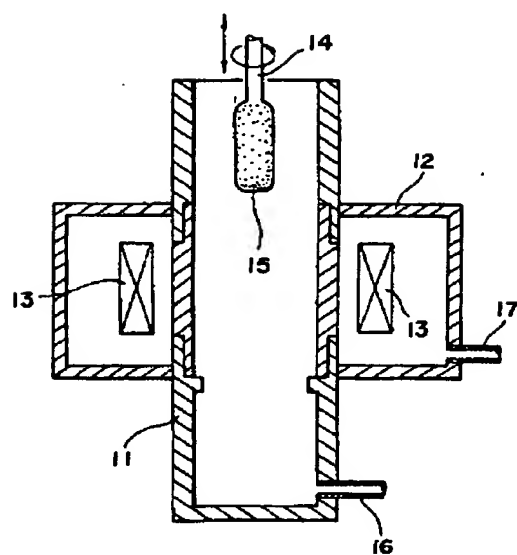
弁理士 光 石 英 俊

(他1名)

第 1 図



第 2 図



第 1 頁の続き

⑦発明者 金森 弘雄

神奈川県横浜市栄区田谷町 1 番地 住友電気工業株式会社
横浜製作所内

手 続 補 正 書

平成2年6月14日

特 許 庁 長 官 殿

1. 事 件 の 表 示

平成1年特許願第246332号

2. 発 明 の 名 称

高純度石英母材製造用加熱炉

3. 補 正 を す る 者

事件との関係 特 許 出 願 人

大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号
(213) 住友電気工業株式会社

4. 代 理 人

郵便番号107

東京都港区赤坂一丁目9番15号

日 本 短 波 放 送 会 館

電話 (583) 7058番

(7808) 弁理士 光 石 英 俊

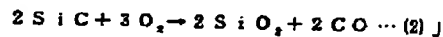
同 所

(7848) 弁理士 光 石 俊 郎

補正命令の日付

自 然

合でも以下の(2)式でSiC表面が酸化し、
最悪の場合にはSiC被覆層が破壊する。



- ① 明細書第9頁第10行目、同頁第14行
目及び第10頁第11行目の以上三箇所に
各々記載した「(2)」を、「(3)」に補正する。

以 上

6. 補 正 の 対 象

明細書の「発明の詳細な説明」の欄

7. 補 正 の 内 容

- 1) 明細書の「発明の詳細な説明」の欄を以下の
通り補正する。

- ① 明細書第6頁第5行目と第6行目との間
に、以下の通り補正する。

「一方、光ファイバの品種や一部工程によ
っては、脱水や弗素系加を行わず不活性
ガスのみの雰囲気で固密・透明化する場合
がある。この場合SiCをC₂ガスやSiF₄
ガスから保護する観点から、表面を酸化さ
せる必要はなく、むしろ前述の様な微妙な
酸化条件を避けるために酸化させない方が
良い。この様な場合でも、炉芯管11内の
微量酸素等によってSiC表面が酸化してし
まう問題があった。」

- ② 明細書第9頁第6行目と第7行目との間
に、以下の文を挿入する。

「また、単純に不活性ガス使用だけの場